

## **Изменение № 2 ГОСТ 20996.6—82 Селен технический. Метод определения железа**

**Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 72-П от 14.11.2014)**

**Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 10101**

**За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AZ, AM, BY, KZ, KG, RU [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]**

**Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации\***

Стандарт дополнить разделами — 1а, 1б (перед разделом 1):

### **«1а. Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770—74 (ISO 1042—83, ISO 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4478—78 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9849—86 Порошок железный. Технические условия

ГОСТ 20996.0—82 Селен технический. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 24104—2001\* Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ ИСО 5725-6—2002\*\* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

**П р и м е ч а н и е** — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### **1б. Характеристики показателей точности измерений**

Показатель точности измерений массовой доли железа соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при  $P = 0,95$ ).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности  $P = 0,95$  приведены в таблице 1.

---

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

\*\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

---

\* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2015—09—01.

Т а б л и ц а 1— Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли железа

В процентах

Диапазон измерений массовой доли железа	Показатель точности $\pm\Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости $r (n = 2)$	воспроизводимости $R$
От 0,003 до 0,006 включ.	0,001	0,001	0,002
Св. 0,006 » 0,015 »	0,002	0,002	0,003
» 0,015 » 0,030 »	0,004	0,003	0,005
» 0,03 » 0,10 »	0,01	0,01	0,02
» 0,10 » 0,30 »	0,03	0,02	0,04
» 0,30 » 0,60 »	0,04	0,04	0,06

Раздел 2 изложить в новой редакции:

## «2. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 400—450 нм;
- весы специального класса точности по ГОСТ 24104;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- колбы мерные 2—50-2, 2—100-2, 2—1000-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В—1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1 и 1:4;
- аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1;
- кислоту сульфосалициловую 2-водную по ГОСТ 4478, раствор массовой концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>;
- железо по ГОСТ 9849.

### Примечания

1. Допускается применение иных средств измерений, утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.
2. Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике измерений».

Стандарт дополнить разделом — 3а (перед разделом 3):

### «3а. Подготовка к проведению измерений

3а.1. Для построения градуировочного графика готовят растворы железа известной концентрации.

При приготовлении раствора А массовой концентрации железа 0,1 мг/см<sup>3</sup> навеску железа массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают от 30 до 35 см<sup>3</sup> смеси соляной и азотной кислот (3:1), нагревают и выпаривают раствор до сухих солей. Приливают от 100 до 120 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации железа 0,01 мг/см<sup>3</sup> аликвоту 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

3а.2. Построение градуировочного графика

В девять мерных колб вместимостью 50 см<sup>3</sup> каждая помещают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0 см<sup>3</sup> раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,1; 0,15; 0,2 мг железа, доливают до 30 см<sup>3</sup> воды, от 5 до 6 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты и нейтрализуют аммиаком до появления красно-желтого окрашивания. Прибавляют от 2 до 2,5 см<sup>3</sup> раствора аммиака, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 400—450 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду. Градуировочный график строят с учетом холостого опыта (раствор сравнения с нулевой концентрацией железа)».

Пункт 3.2 исключить.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции:

«4.2. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности  $P = 0,95$ ) предела повторяемости  $r$ , приведенных в таблице 1.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1)».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3:

«4.3. Абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, не должно превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1 (при доверительной вероятности  $P = 0,95$ . При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6».

(ИУС № 7 2015 г.)